



Pupuk fosfat alam untuk pertanian



© BSN 2005

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i

Prakata ii

1 Ruang lingkup..... 1

2 Acuan normatif..... 1

3 Istilah dan definisi 1

4 Syarat mutu 1

5 Pengambilan contoh 2

6 Cara uji 2

7 Syarat lulus uji 13

8 Syarat penandaan 13

9 Pengemasan..... 13

Bibliografi 14



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Pupuk fosfat alam untuk pertanian* merupakan revisi SNI 02-3776-1995. Standar ini direvisi dengan tujuan dalam rangka pengembangan industri pupuk serta perlindungan terhadap produsen dan konsumen pupuk, menjamin mutu produk yang beredar di dalam negeri dengan syarat mutu yang ditetapkan dan meningkatkan daya saing produk dalam negeri dengan produk luar negeri.

Standar ini telah dibahas dalam rapat konsensus nasional pada tanggal 17 Desember 2002 di Jakarta. Hadir dalam rapat-rapat tersebut wakil-wakil dari instansi terkait, lembaga Iptek, produsen dan konsumen.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknik 134 S, Kimia Organik dan Agrokimia.



Pupuk fosfat alam untuk pertanian

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi ruang lingkup, acuan normatif, istilah dan definisi, syarat mutu, pengambilan contoh, cara uji, syarat lulus uji, syarat penandaan dan pengemasan pupuk fosfat alam untuk pertanian.

2 Acuan normatif

SNI 19-0428-1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

Official Methods of Analysis of AOAC International, 17th Edition, Volume I, 2000, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. Chapter 2 – Fertilizers.

3 Istilah dan definisi

3.1

pupuk fosfat alam untuk pertanian

bahan baku galian yang sebagian besar mengandung mineral kalsium fosfat berasal dari batuan yang diproses menjadi bubuk (*powder*) yang dipergunakan secara langsung dalam pertanian dan dalam aplikasinya bisa dimodifikasi dalam bentuk bubuk, butiran dan granular

4 Syarat mutu

Syarat mutu pupuk fosfat alam untuk pertanian seperti pada Tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1 Syarat mutu pupuk fosfat alam untuk pertanian

No.	Uraian	Satuan	Persyaratan			
			Mutu A	Mutu B	Mutu C	Mutu D
1.	Kadar unsur hara fosfor sebagai P_2O_5					
	- Total	% b/b	min. 28	min. 24	min. 14	min. 10
2.	- Larut dalam asam sitrat 2%	% b/b	min. 7	min. 6	min. 3,5	min. 2,5
	Kadar air	% b/b	maks. 5	maks. 5	maks. 5	maks. 5
3.	Kehalusan					
	- Kehalusan lolos 80 mesh Tyler	% b/b	min. 50	min. 50	min. 50	min. 50
4.	- Kehalusan lolos 25 mesh Tyler	% b/b	min. 80	min. 80	min. 80	min. 80
	Cemaran Logam :					
-	- Cadmium (Cd)	ppm	maks. 100	maks. 100	maks. 100	maks. 100
	- Timbal (Pb)	ppm	maks. 500	maks. 500	maks. 500	maks. 500
-	- Raksa (Hg)	ppm	maks. 10	maks. 10	maks. 10	maks. 10

Tabel 1 (lanjutan)

No.	Uraian	Satuan	Persyaratan			
			Mutu A	Mutu B	Mutu C	Mutu D
5.	Cemaran Arsen (As)	ppm	maks.100	maks. 100	maks. 100	maks. 100
CATATAN 1. Semua persyaratan kecuali kadar air dan kehalusan dihitung atas dasar bahan kering (adbk). 2. Dalam peredaran dapat diperjual belikan berbentuk granular.						

5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0428–1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

6 Cara uji

6.1 Kadar unsur hara fosfor sebagai P_2O_5

6.1.1 Kadar P_2O_5 total

Metode ini sesuai dengan *Official Methods of Analysis of AOAC International*, 17th Edition, Volume I, 2000, butir 2.3.01 dan butir 2.3.02.

6.1.2 Kadar P_2O_5 larut dalam asam sitrat 2 %

6.1.2.1 Pereaksi

6.1.2.1.1 Larutan asam sitrat 2 %

- Larutkan 100 gram asam sitrat ($C_6H_8O_7 \cdot 4H_2O$) dalam akuades, encerkan menjadi 1 liter (larutan ini dapat diawetkan dengan penambahan 0,5 g asam salisilat).
- Sebelum digunakan, encerkan larutan tersebut dengan akuades, dengan perbandingan 1:5.

6.1.2.1.2 Larutan standar fosfat

- Larutkan 1,9178 g KH_2PO_4 (sebelumnya telah dikeringkan selama ± 2 jam pada suhu $105^\circ C$) dalam akuades dan encerkan secara tepat menjadi 1 liter (P_2O_5 1 mg/mL).
- Encerkan deret larutan fosfat dengan akuades sehingga tiap larutan mengandung (0,1-0,8) mg P_2O_5 dengan interval 0,1 mg.
- Larutan dapat diawetkan dengan penambahan (2-3) mL HNO_3 untuk tiap 1 liter larutan.

6.1.2.1.3 Larutan pengembang warna (amonium molibdovanadat)

- Larutkan 40 g amonium molibdat $(NH_4)_4 Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ tambahkan 400 mL akuades hangat, lalu dinginkan (Larutan A).
- Larutkan 2 g amonium metavanadat (NH_4VO_3) dalam 250 mL akuades hangat, dinginkan, kemudian tambahkan 450 mL 70% $HClO_4$ (Larutan B).
- Campurkan kedua larutan tersebut (larutan A dan larutan B) dan aduk sampai homogen, encerkan sampai 2 L dan simpan dalam botol berwarna. Pereaksi ini tidak tahan dalam waktu lama.

6.1.2.2 Peralatan

- timbangan analitis;
- spektrofotometer;
- labu ukur 100 mL, 250 mL dan 1000 mL;
- pipet ukur 20 mL;
- kertas saring.

6.1.2.3 Preparasi contoh

- a) Timbang teliti 1 g contoh, masukkan dalam labu ukur 250 mL, tambahkan 150 mL larutan asam sitrat 2 % pada suhu 30 °C, kocok selama 1 jam pada (30-40) rpm dan suhu dijaga 30 °C, dinginkan pada suhu ruang.
- b) Kemudian encerkan dengan akuades hingga tanda batas, segera saring menggunakan kertas saring kering.

6.1.2.4 Penetapan

- a) Pipet larutan contoh (0,5 mg - 3,5 mg sebagai P atau 1 mg - 8 mg sebagai P₂O₅) dan kurang dari jumlah setara 17 mL larutan asam sitrat 2 %.
- b) Masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, tambahkan 4 mL HNO₃ (1:1), tambahkan suplemen asam sitrat hingga setara dengan 17 mL, dan dididihkan.
- c) Setelah dingin, encerkan dengan akuades secukupnya, tambahkan 20 mL pereaksi pengembang warna (amonium molibdovanadat), encerkan dengan akuades hingga tanda, kocok hingga homogen dan biarkan selama 30 menit.
- d) Pipet 10 mL masing-masing larutan standar, buat deret standar dengan interval 0,5 mg sebagai P atau 1 mg sebagai P₂O₅ (Penggunaan larutan standar harus mempunyai absorbansi dibawah dan diatas contoh atau direkomendasikan absorbansi antara 0,1-0,7). Masukkan dalam labu ukur 100 mL dan lakukan pengerjaan seperti pada contoh.
- e) Baca absorbansi dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 400 nm - 420 nm. Buat kurva standar dan kadar tentukan P atau P₂O₅.
- f) Buat kurva standar setiap kali melakukan pengujian contoh.
- g) Hitung koefisien korelasi kurva standar (minimal = 0,995).
- h) Lakukan pengerjaan minimal duplo.
- i) Lakukan pengecekan akurasi analisis dengan frekuensi tertentu (% perolehan kembali: 95 % - 105 %).

6.1.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar fosfor sebagai P}_2\text{O}_5, \% = \frac{C \times P}{W} \times 100 \times \frac{100}{(100 - KA)}$$

dengan:

C adalah fosfor dari pembacaan kurva standar, mg/L;

P adalah pengenceran;

W adalah contoh, mg;

KA adalah kadar air.

6.2 Kadar air

Kadar air diuji sesuai dengan *Official Methods of Analysis of AOAC International*, 17th Edition, Volume I, 2000, butir 2.2.01.

6.3 Kehalusan

6.3.1 Prinsip

Ukuran butiran tertentu dalam contoh dapat diperoleh dengan cara pengayakan menggunakan saringan pada ukuran yang dikehendaki.

6.3.2 Peralatan

Timbangan dengan ketelitian 0,01 gram.
Ayakan dengan ukuran Tyler mesh No. 80 dan No. 25.

6.3.3 Cara kerja

- Timbang 100 gram contoh dimasukkan ke dalam susunan ayakan dengan ukuran mesh Tyler No. 25 dan No. 80.
- Selanjutnya diayak sampai tidak ada lagi yang lolos.
- Kemudian ditimbang masing-masing bagian yang lolos dari kedua saringan tersebut (a dan b).

6.3.4 Perhitungan

Kehalusan:

$$\text{Lolos 25 mesh Tyler} = \frac{(a + b)}{100} \times 100 \%$$

$$\text{Lolos 80 mesh Tyler} = \frac{(b)}{100} \times 100 \%$$

dengan:

a + b adalah bagian yang lolos 25 mesh Tyler, g;

b adalah bagian yang lolos 80 mesh Tyler, g.

6.4 Cara uji cemaran logam

6.4.1 Kadmium (Cd)

6.4.1.1 Prinsip

Analisis kadmium dengan spektrofotometer serapan atom berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 228,8 nm.

6.4.1.2 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang 190 nm – 870 nm.
- Lampu katoda cekung Cd.
- Labu ukur 100 mL.
- Pipet volume 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL.
- Kaca arloji sesuai dengan ukuran beker gelas tinggi yang digunakan.
- Beker gelas tinggi.

6.4.1.3 Pereaksi

- Larutan standar induk Cd 1000 ppm.
- Akuades bebas Cd.
- Asam klorida (HCl) pekat, sp.gr 1.18.
- Asam nitrat (HNO₃) pekat, sp.gr 1.38.
- Asam perklorat (HClO₄) pekat, sp.gr 1.55.

6.4.1.4 Cara kerja

6.4.1.4.1 Penyiapan contoh

A. Pupuk organik dan rock fosfat

- a) Timbang contoh (1 – 5) gram secara akurat ke dalam beker gelas tinggi.
- b) Tambah lebih kurang 30 mL asam klorida (HCl) pekat dan 10 mL asam nitrat (HNO₃) pekat.
- c) Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit. Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan.
- d) Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5), panaskan hingga larut semua.
- e) Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan akuades.
- f) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu disaring.
- g) Larutan siap diukur dengan alat SSA.

B. Contoh yang mengandung silika tinggi

- a) Timbang (2– 5) gram contoh secara akurat ke dalam beker gelas tinggi.
- b) Basahi contoh dengan sedikit penambahan akuades.
- c) Tambahkan lebih kurang 5 mL HNO₃ pekat dan 10 mL asam perklorat.
- d) Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit, sambil sewaktu-waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut. Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan.
- e) Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5), panaskan hingga larut semua.
- f) Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan akuades.
- g) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu disaring.
- h) Larutan siap diukur dengan alat SSA.

C. Pupuk yang mengandung zat organik

- a) Timbang (2 – 5) gram contoh secara akurat ke dalam beker gelas tinggi.
- b) Tambah 15 mL asam klorida (HCl) pekat dan 5 mL asam nitrat (HNO₃) pekat.
- c) Tutup kaca arloji yang sesuai. Panaskan secara perlahan di atas pemanas listrik, bila timbul busa maka hentikan pemanasan dan biarkan dingin kemudian tambahkan 15 mL

asam klorida pekat dan 5 mL HNO₃ pekat, sambil membilas bagian dinding beker gelas tinggi.

- d) Panaskan kembali hingga larut sempurna, sambil sewaktu-waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut.
- e) Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan.
- f) Bila tidak timbul busa, langsung tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5).
- g) Panaskan hingga larut semua, pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan akuades.
- h) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu di saring.
- i) Larutkan siap diukur dengan alat SSA.

6.4.1.4.2 Pembuatan larutan standar

A. Larutan standar baku Cd 100 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk kadmium 1000 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO₃ 1N).

B. Larutan standar baku Cd 10 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk kadmium 100 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO₃ 1N).

C. Larutan standar kerja Cd 0,0 ppm; 0,2 ppm, 0,5 ppm, 1,0 ppm dan 2,0 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk kadmium 10 ppm ke dalam labu 50 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO₃ 1N).

6.4.1.4.3 Pengukuran

- a) Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya.
- b) Ukur absorban larutan standar dan contoh dengan alat SSA.
- c) Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorban yang terukur oleh alat SSA.
- d) Hitung koefisien regresi dari kurva standar (minimal $r = 0,9975$), buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar.
- e) Hitung konsentrasi contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui slope.

6.4.1.4.4 Pengendalian mutu hasil uji

- a) Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD).
- b) Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu.
- c) Lakukan *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 85 % - 115 %.
- d) Lakukan analisis blangko.

6.4.1.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Cd, ppm} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan:

- C adalah konsentrasi (ppm) Cd hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;
- P adalah faktor pengenceran;
- W adalah bobot contoh (g);
- V adalah volume akhir labu (mL).

Sesuaikan hasil perhitungan bila dilaporkan atas dasar berat kering.

6.4.2 Timbal (Pb)

6.4.2.1 Prinsip

Analisis timbal dengan spektrofotometer serapan atom berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 283,3 nm.

6.4.2.2 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang 190 nm – 870 nm lebar celah 0,2 nm – 0,7 nm.
- Lampu katoda cekung Pb.
- Labu ukur 100 mL.
- Pipet volume 25 mL.
- Pipet volume 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL.
- Kaca arloji sesuai dengan ukuran beker gelas tinggi yang digunakan.
- Beker gelas tinggi.

6.4.2.3 Pereaksi

- Larutan standar induk Pb 1000 ppm.
- Akuades bebas Pb.
- Asam klorida (HCl) pekat, sp.gr 1.18.
- Asam nitrat, (HNO₃) pekat, sp.gr 1.38.
- Asam perklorat, (HClO₄), sp.gr 1.55.

6.4.2.4 Cara kerja

6.4.2.4.1 Penyiapan contoh

A. Pupuk organik dan rock fosfat

- a) Timbang contoh (1 – 5) gram secara akurat ke dalam beker gelas tinggi.
- b) Tambah lebih kurang 30 mL asam klorida (HCl) pekat dan 10 mL asam nitrat (HNO₃) pekat.
- c) Tutup dengan kaca arloji yang sesuai.
- d) Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit di atas pemanas.
- e) Buka kaca arloji penutup, evaporasi larutan hingga kering di atas water-bath.
- f) Tambah sejumlah kecil HCl, ulangi evaporasi hingga kering dan biarkan dingin.
- g) Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 +5).
- h) Panaskan hingga larut semua dan dinginkan.
- i) Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan akuades.
- j) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu disaring.
- k) Larutan siap diukur dengan alat SSA.

B. Pupuk yang mengandung zat organik

- Timbang (2 - 5) gram contoh secara akurat ke dalam beker gelas tinggi.
- Tambah 30 mL asam nitrat (HNO_3) pekat.
- Tutup kaca arloji yang sesuai. Panaskan secara perlahan di atas pemanas listrik. Bila muncul busa hentikan pemanasan biarkan dingin semalaman kemudian tambahkan (30 – 50) mL campuran $\text{HClO}_4 - \text{HNO}_3$.
- Panaskan kembali tanpa kaca arloji penutup, hingga uap asam terevaporasi. Bila sudah muncul uap putih, tutup kembali dengan kaca arloji dan panaskan minimal 10 menit hingga larut sempurna sambil sewaktu-waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut.
- Bila destruksi zat organik masih belum sempurna tambahkan sedikit lagi HNO_3 dan panaskan kembali hingga larut sempurna.
- Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan.
- Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5), panaskan hingga larut semua.
- Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan akuades.
- Tepatan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu disaring, larutan siap diukur dengan alat SSA.

6.4.2.4.2 Pembuatan larutan standar**A. Larutan standar baku Pb 100 ppm**

- Pipet 10 mL larutan induk timbal 1000 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

B. Larutan standar baku Pb 10 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk timbal 100 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

C. Larutan standar kerja Pb 0,0 ppm; 2,0 ppm, 5,0 ppm, 10,0 ppm, 20,0 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk timbal 10 ppm ke dalam labu 50 mL.
- Tepatan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

6.4.2.4.3 Pengukuran

- Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya.
- Ukur absorban larutan standar dan sampel dengan alat SSA.
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorban yang terukur oleh alat SSA.
- Hitung koefisien regresi dari kurva standar (minimal $r = 0,9975$).
- Buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar.
- Hitung konsentrasi contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui slope.

6.4.2.4.4 Pengendalian mutu hasil uji

- Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD).
- Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu.
- Lakukan uji *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 85 % - 115 %.
- Lakukan analisis blangko.

6.4.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Pb, ppm} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan:

- C adalah konsentrasi (ppm) Pb hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;
- P adalah faktor pengenceran;
- W adalah bobot contoh (g);
- V adalah volume akhir labu (mL).

6.4.3 Raksa (Hg)

6.4.3.1 Prinsip

Raksa dioksida menjadi ion raksa, ion raksa kemudian direduksi menjadi logam raksa, dilanjutkan dengan analisa serapan atom uap dingin pada panjang gelombang 253,7 nm.

6.4.3.2 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang 190 nm – 870 nm dan lebar 0,2 nm – 0,7 nm.
- *Mercury vapour unit* (MVU).
- Lampu katoda cekung Hg.
- Labu destruksi yang dapat dihubungkan dengan pendingin refluks.

6.4.3.3 Pereaksi

- Larutan standar Hg 1000 ppm.
- Akuades bebas Hg.
- Asam nitrat (HNO₃) pekat.
- Kalium permanganat (KMnO₄) 0,5 %.
- Asam sulfat (H₂SO₄) pekat.
- Larutan natrium klorida hidroksilamin sulfat (larutkan 120 g NaCl dan 120 g (NH₂OH)₂H₂SO₄) dalam 1 liter air.

6.4.3.4 Cara kerja

6.4.3.4.1 Penyiapan contoh

A. Pupuk

- a) timbang secara akurat contoh sebanyak (2 – 5) gram pupuk organik atau (5 – 10) gram untuk yang mengandung zat organik ke dalam labu destruksi tertutup asah yang dapat dihubungkan dengan pendingin refluks.
- b) Bila perlu basahi contoh dengan lebih kurang 5 mL akuades dan tambahkan beberapa butir batu didih.
- c) Tambah (10 – 20) mL asam nitrat (HNO₃) pekat dan 10 mL asam sulfat (H₂SO₄) pekat.
- d) Hubungkan dengan pendingin refluks.
- e) Direkomendasikan untuk mendinginkan selama satu malam.
- f) Panaskan kurang lebih satu jam.
- g) Hentikan pemanasan bila muncul uap putih. Dinginkan, tambahkan 2 mL larutan KMnO₄ (dalam hal pupuk mengandung zat organik, tambahkan 1 gram KMnO₄) dan diidhkan.

Jika larutan tetap tidak berwarna, tambah lagi kalium permanganat (KMnO_4) hingga warna stabil minimal 10 menit.

- h) Dinginkan, pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil membilas refluks.
- i) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades bebas merkuri.
- j) Larutan siap diukur dengan alat SSA.

6.4.3.4.2 Pembuatan larutan standar

A. Larutan standar baku Hg 100 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk merkuri 1000 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

B. Larutan standar baku Hg 10 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk merkuri 100 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

C. Larutan standar baku Hg 1 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk merkuri 10 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

D. Larutan standar kerja Hg 0,0 ppb; 10,0 ppb, 20,0 ppb, 40,0 ppb, 50,0 ppb, 100 ppb

- Pipet sesuai kebutuhan larutan induk merkuri 1 ppm ke dalam labu 50 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).
- Perlakukan sama antara sampel dengan standar (lihat penyiapan contoh).

6.4.3.4.3 Pengukuran

- a) Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya.
- b) Pindahkan larutan standar dan contoh ke dalam tabung SSA, tambah tetes demi tetes larutan hidrosilamin hidroklorida hingga warna KMnO_4 tidak muncul lagi (tepat hilang).
- c) Segera tambahkan 10 mL SnCl_2 dan langsung hubungkan dengan peralatan aerasi SSA.
- d) Ukur absorban larutan standar dan sampel.
- e) Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorban yang terukur oleh alat SSA.
- f) Hitung koefisien regresi dari kurva standar (minimal $r = 0,9975$).
- g) Buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar.
- h) Hitung koefisien contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui slope.

6.4.3.4.4 Pengendalian mutu hasil uji

- a) Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD).
- b) Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu.
- c) Lakukan uji *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 85 % - 115 %.

6.4.3.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Hg, ppm} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan:

- C adalah konsentrasi (ppb) Hg hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;
- P adalah faktor pengenceran;
- W adalah bobot contoh (g);
- V adalah volume akhir labu (mL).

6.5 Arsen (As)

6.5.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen. Larutkan As^{5+} direduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan NaBH_4 atau SnCl_2 sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang 193,7 nm.

6.5.2 Perekasi

- Natrium borohidrida
Larutkan 3 g NaBH_4 dan 3 g NaOH dalam 500 mL akuades.
- Asam klorida 8 M
Encerkan 66 mL HCl 37 % hingga 100 mL akuades.
- Timah klorida 10 %
Timbang 50 g $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ke dalam piala gelas 200 mL. tambah 100 mL HCl 37 %. Panaskan hingga larutan jernih. Dinginkan, kemudian tuangkan ke dalam labu ukur 500 mL dan tambahkan dengan akuades.
- Kalium iodida 20 %
Timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 mL, dan tambahkan dengan akuades (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan).
- Asam klorida (HCl) pekat.
- Asam sulfat (H_2SO_4) pekat.
- Asam perklorat (HClO_4) pekat.

6.5.3 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA).
- Lampu arsen.
- Generator (HVG).
- Tabung reaksi atau "auto sample".
- Hydride vapour unit (HVU).
- Pipet volume 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL.

6.5.4 Cara kerja

6.5.4.1 Penyiapan contoh

- a) Timbang contoh (1–5) gram secara akurat ke dalam beker (direkomendasikan porselen).
- b) Basahi dengan sedikit H_2O .
- c) Tambah 2 mL asam sulfat (H_2SO_4) pekat.
- d) lebih kurang 5 mL asam nitrat (HNO_3) dan 20 mL asam perklorat (HClO_4).

- e) Panaskan sampai timbul uap putih HClO_4 hingga hampir kering (hati-hati).
- f) Biarkan dingin, tambah akuades hingga larut.
- g) Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL sambil bilas.
- h) Larutan siap diukur dengan alat SSA.

6.5.4.2 Pembuatan standar

A. Larutan standar baku As 100 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk Arsen 1000 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

B. Larutan standar baku As 10 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk Arsen 100 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

C. Larutan standar baku As 1 ppm

- Pipet 10 mL larutan induk Arsen 10 ppm ke dalam labu 100 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).

D. Larutan standar kerja As 0,0 ppb; 10,0 ppb, 20,0 ppb, 40,0 ppb, 50,0 ppb, 100 ppb

- Pipet sesuai kebutuhan larutan induk Arsen 1 ppm ke dalam labu 50 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1N).
- Perlakukan sama antara sampel dengan standar (lihat penyiapan contoh).

6.5.4.3 Pengukuran dan persiapan alat

- a) Hubungkan generator HVG pada SSA berikut kelengkapannya, kemudian nyalakan alat, atur kondisi alat sesuai dengan instruksi kerja alat.
- b) Siapkan NaBH_4 dan HCl dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat.
- c) Pipet 25 mL larutan contoh dan standar serta blangko, tambahkan 2 mL HCl 8 M dan 0,1 mL KI 20 % dan 1 mL SnCl_2 kemudian biarkan minimal 2 menit.
- d) Nyalakan burner serta tombol pengatur aliran pereaksi dan aliran contoh.
- e) Ukur absorbansi larutan standar dan contoh dengan blangko sebagai koreksi.
- f) Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorbansi yang terukur oleh alat SSA.
- g) Hitung koefisien regresi dari kurva standar (minimal $r = 0,9975$).
- h) Buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar.
- i) Hitung konsentrasi contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui slope.

6.5.4.3.1 Pengendalian mutu hasil uji

- a) Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD).
- b) Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu.
- c) Lakukan uji *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 85 % - 115 %.
- d) Lakukan analisis blangko.

6.5.5 Perhitungan

$$\text{Kadar As, ppm} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan:

C adalah ppm Arsen hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;

P adalah faktor pengenceran;

W adalah bobot contoh (g);

V adalah volume akhir labu (mL).

7 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus syarat uji apabila memenuhi syarat mutu pada butir 4.

8 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat tidak dipengaruhi dan mempengaruhi isi, aman dalam penyimpanan dan pengangkutan.

9 Syarat penandaan

Pada setiap kemasan dicantumkan minimal:

- nama produk / nama dagang;
- kadar P_2O_5 ;
- berat bersih;
- lambang/logo perusahaan;
- tulisan "Jangan digancu";
- nama dan alamat produsen atau importir.

Bibliografi

Sampling and analysis solid fertilizers, 2nd Edition, 1968, National Plant Food Institute.







BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id